

THESIS / THÈSE

DOCTEUR EN SCIENCES

Synthesis of smooth and microtextured films by acetylene magnetron discharge: Study of growth mechanisms and fabrication of superhydrophobic surfaces

De Vriendt, Valérie

Award date:
2010

Awarding institution:
Université de Namur

[Link to publication](#)

General rights

Copyright and moral rights for the publications made accessible in the public portal are retained by the authors and/or other copyright owners and it is a condition of accessing publications that users recognise and abide by the legal requirements associated with these rights.

- Users may download and print one copy of any publication from the public portal for the purpose of private study or research.
- You may not further distribute the material or use it for any profit-making activity or commercial gain
- You may freely distribute the URL identifying the publication in the public portal ?

Take down policy

If you believe that this document breaches copyright please contact us providing details, and we will remove access to the work immediately and investigate your claim.



Faculté des Sciences

Département de Physique (PMR)

Laboratoire LARN

**Synthesis of smooth and microtextured films by
acetylene magnetron discharge:
Study of growth mechanisms and fabrication of
superhydrophobic surfaces**

Dissertation présentée par

Valérie DE VRIENDT

en vue de l'obtention du grade

de Docteur en Sciences

Composition du Jury:

Prof. C. Wilkins

Dr. J.-P. Blondeau

Dr. F. Maseri

Prof. D. Bonifazi

Prof. J.-J. Pireaux

Prof. S. Lucas (Promoteur)

Namur 2010



Faculté des Sciences

Département de Physique (PMR)

Laboratoire LARN

**Synthesis of smooth and microtextured films by
acetylene magnetron discharge:
Study of growth mechanisms and fabrication of
superhydrophobic surfaces**

Dissertation présentée par

Valérie DE VRIENDT

en vue de l'obtention du grade

de Docteur en Sciences

Composition du Jury:

Prof. C. Wilkins

Dr. J.-P. Blondeau

Dr. F. Maseri

Prof. D. Bonifazi

Prof. J.-J. Pireaux

Prof. S. Lucas (Promoteur)

Namur 2010

Facultés Universitaires Notre-Dame de la Paix
Faculté des Sciences
Rue de Bruxelles 61, B-5000 Namur, Belgium

**Synthesis of smooth and microtextured films by acetylene magnetron discharge:
Study of growth mechanisms and fabrication of superhydrophobic surfaces**

By Valérie DE VRIENDT

Abstract:

Superhydrophobic surfaces are used to avoid fog condensation, frost and also for preventing contamination. They are known as "self-cleaning", non wettable and water-repellent surfaces. The best known example in nature is found in the leaves of the Lotus plant (*Nelumbo nucifera*). Lotus leaves always remain clean because water droplets form spheres with very little adhesion to the surface and can easily roll off, collecting and removing contaminations. This self – cleaning effect, often called the “Lotus effect”, is due to a combination of a rough surface with special micro- and nanostructures, along with low surface energy materials.

So far, artificial superhydrophobic surfaces have been produced mainly in two ways. One is to prepare a rough surface from a low surface energy material. This method is generally a simple one-step process, but presents a major drawback as it is applicable only to a small limited set of materials. The other way is to first obtain a rough coating and then to modify it with a low surface energy material. This enlarges potential applications because it can be applied to a wide variety of substrates such as silicon wafer, glass, metals, stainless steel and polymer surfaces. This is the chosen approach for this thesis.

Finally, most of methods used to produce rough surfaces are multi-step processes and are not environment friendly because of their use of organic solvents. These drawbacks can be solved by plasma deposition, the method used in this work.

One of the significant results of this work is the synthesis of microtextured films by pulsed magnetron discharge from acetylene and the proposition of a qualitative model to explain their growth mode. The microtextured films obtained have a unique morphology with

nanoparticles and particular agglomerates (“microflowers”) present at the surface. To the best of our knowledge, this is the first time that such carbon based microstructures are observed. One of the challenges was to understand the formation of these unknown microstructures. The gas phase was analyzed by quadrupole mass spectrometry. The bulk structure of both smooth and microtextured films was determined by combining three techniques including IR spectroscopy, Raman spectroscopy and Laser Desorption / Ionization Fourier Transform Mass Spectrometry (LDI-FTMS).

Finally, this thesis demonstrates that the microtextured films functionalized with fluorine are superhydrophobic surfaces. One of the perspectives is the elaboration of superhydrophobic surfaces without fluorine treatments, by maximizing the surface density of fractal structures (“microflowers”).

Ph.D. thesis in Sciences

29th June 2010

Laboratoire d’Analyses par Réactions Nucléaires, Physics Department (PMR)

Advisor: Prof. Stéphane Lucas

Facultés Universitaires Notre-Dame de la Paix
Faculté des Sciences
Rue de Bruxelles 61, B-5000 Namur, Belgique

**Synthèse de films plats et microtexturés par décharge magnétron d'acétylène:
Etude des mécanismes de croissance et fabrication de surfaces superhydrophobes**

Par Valérie DE VRIENDT

Résumé:

Les surfaces superhydrophobes sont utilisées pour limiter la buée, le givre ou le dépôt de salissures. Elles sont souvent qualifiées de surfaces "autonettoyantes", non-mouillantes ou qui repoussent l'eau. Il existe des surfaces naturelles superhydrophobes, telles que les feuilles de Lotus (*Nelumbo nucifera*). Ces feuilles sont toujours propres car les gouttes d'eau forment des sphères très peu adhérentes à la surface. Elles peuvent par conséquent facilement rouler en emportant les salissures. Cet effet "autonettoyant", souvent appelé "Effet Lotus", est dû à une combinaison d'une surface rugueuse présentant des micro- et nanostructures, avec des matériaux de faible énergie de surface.

Jusqu'ici, les surfaces superhydrophobes artificielles ont été produites principalement de deux manières. La première consiste en la création d'une surface rugueuse à partir d'un matériau ayant une énergie de surface faible. Cette méthode est simple et généralement réalisable en une seule étape, elle présente néanmoins un inconvénient important car elle s'applique seulement à un ensemble limité de matériaux. La deuxième méthode consiste en l'obtention d'une couche rugueuse, dont les propriétés de surface sont par la suite modifiées par l'application d'un matériau à faible énergie de surface. Cette méthode prometteuse élargit considérablement le champ d'application des surfaces superhydrophobes car, contrairement à la précédente, elle peut être appliquée à une large variété de substrats tels que des galettes de silicium, du verre, des métaux, de l'acier et des surfaces polymères. C'est cette dernière approche qui a été choisie dans cette thèse.

La plupart des méthodes employées pour produire des surfaces rugueuses sont composées de plusieurs étapes et sont peu écologiques car elles nécessitent l'utilisation de

solvants organiques. Ces inconvénients peuvent être éliminés par l'utilisation de la technologie plasma, méthode utilisée dans ce travail.

Une des avancées significatives de cette thèse est la synthèse de films microtexturés par décharge magnétron pulsée à partir d'acétylène et la proposition d'un modèle de croissance qualitatif. Les films microtexturés obtenus ont une morphologie unique composée de nanoparticules et d'agglomérats ("microfleurs") présents en surface. A notre connaissance, c'est la première fois que de telles microstructures à base de carbone sont observées. La phase gazeuse a été analysée par spectrométrie de masse quadripôle. La structure des films plats et microtexturés a été déterminée en combinant trois techniques: la spectroscopie IR, la spectroscopie Raman et la spectrométrie de masse LDI-FTMS (*Laser Desorption / Ionization Fourier Transform Mass Spectrometry*).

Finalemt, cette thèse démontre que les films microtexturés fonctionnalisés au fluor sont des surfaces superhydrophobes. Une des perspectives de ce travail est de maximiser le nombre de structures fractales en surface ("microfleurs") afin d'élaborer des surfaces superhydrophobes sans traitement fluoré.

Dissertation doctorale en Sciences

29 Juin 2010

Laboratoire d'Analyses par Réactions Nucléaires, Département de Physique (PMR)

Promoteur: Prof. Stéphane Lucas